

ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЫХОДА ЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ

Издание официальное

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.П. Крысин, М.К. Томашевская, С.Г. Павлючая (руководители темы); М.А. Лебедева, А.Н. Микитенко

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29.08.73 № 2079

3. ВЗАМЕН ГОСТ 9951—62

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 9147—80	1 1
ГОСТ 24104—88	1 1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в апреле 1984 г., декабре 1988 г. и октябре 1990 г. (ИУС 8—84, 3—89, 1—91)

Редактор *Р С Федорова*
 Технический редактор *В Н Прусакова*
 Корректор *В И Варенцова*
 Компьютерная верстка *В И Грищенко*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 25 11 98 Подписано в печать 15 12 98 Усл печ л 0,47
 Уч -изд л 0,40 Тираж 122 экз С1556 Зак 883

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
 Набрано в Издательстве на ПЭВМ
 Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
 Плр № 080102

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**ПЕК КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ****Метод определения выхода летучих веществ**Coal tar pitch. Method for the determination
of volatile matter**ГОСТ
9951—73**

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на каменноугольный пек и устанавливает метод определения выхода летучих веществ.

Сущность метода заключается в удалении летучих веществ из пека нагреванием навески пека в закрытом фарфоровом тигле до $(850 \pm 20)^\circ\text{C}$ в течение 10 мин с последующим определением потери массы взятой навески.

Метод применяется в интервале значений выхода летучих веществ от 40 до 80 %.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. АППАРАТУРА И ПОСУДА

1.1. Для определения выхода летучих веществ применяют:

печь муфельную электрическую с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры $(850 \pm 20)^\circ\text{C}$. Печь должна обеспечивать свободный выход продуктов горения и иметь отверстие для установки термопреобразователя;

термопреобразователь типа ТХА с прибором, показывающим температуру с относительной погрешностью не более 1,5 %. Термопреобразователь устанавливают в муфельную печь так, чтобы горячий его спай находился в середине муфельной печи на расстоянии 20—25 мм от пода;

тигель фарфоровый высокий № 3 по ГОСТ 9147 с крышкой к тиглю 3—1 по ГОСТ 9147. Крышку плотно притирают к тиглю по всей поверхности соприкосновения вручную или механическим способом с использованием влажного абразивного порошка;

экзикатор с прокаленным хлористым кальцием, который должен обновляться при появлении признаков видимого увлажнения;

подставку для установки тиглей в муфельную печь. Подставка должна быть изготовлена из нихромовой проволоки с нанизанными на нее фарфоровыми бусами или из тонкой листовой стали так, чтобы расстояние от дна установленных в нее тиглей до пода муфельной печи составляло 20—25 мм;

щипцы тигельные;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г. Допускается применение других весов, имеющих метрологические характеристики не ниже указанных;

шпатель или ложка по ГОСТ 9147 или аналогичное приспособление для взятия навески из материала, не вступающего в реакцию с пекотом;

противень из нержавеющей стали (размером 200 × 300 мм).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Среднюю пробу пека, отобранную и подготовленную к анализу в соответствии с требованиями нормативно-технической документации на пек, тщательно перемешивают шпателем или ложкой на противне из нержавеющей стали, разравнивают слоем толщиной 1—2 см из разных мест слоя отбирают не менее пяти порций, из которых составляют две навески массой около 1 г каждая. Легким постукиванием разравнивают навеску пека в тигле и закрывают крышкой.

2.2. Тигли и крышки предварительно нумеруют, прокаливают, охлаждают и взвешивают до постоянной массы (пока расхождение между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более погрешности взвешивания весов). После прокаливания тигли вынимают из муфельной печи, охлаждают на воздухе 10—15 мин, затем 25—60 мин до комнатной температуры в эксикаторе, в котором их хранят. Перед каждым анализом тигли и крышки взвешивают.

2.3. Муфельную печь нагревают до температуры $(850 \pm 20)^\circ\text{C}$ и выдерживают при этой температуре не менее 30 мин.

2.4. Результаты всех взвешиваний записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

Разд. 2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Два тигля с навесками пека устанавливают на подставку и проверяют расстояние от дна тиглей до пода муфельной печи. Подставку с тиглями помещают в середину печи и закрывают дверцу. Температура, понизившаяся при установке тиглей в печь, снова должна повыситься до $(850 \pm 20)^\circ\text{C}$ не более чем за 4 мин. В противном случае анализ повторяют.

3.2. Тигли выдерживают в муфельной печи в течение 10 мин с момента установки их в муфельную печь, включая время выравнивания температуры. По истечении 10 мин тигли вынимают из муфельной печи, охлаждают и взвешивают, как указано в п. 2.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Выход летучих веществ (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески пека, г;

m_1 — масса остатка после удаления летучих веществ, г.

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до целого числа.

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать 1,0 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

4.3. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений, проведенных в одной лаборатории, при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать 1,0 %.

4.4. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами анализа одной пробы, полученными в разных лабораториях, не должны превышать 2,0 %.

4.3, 4.4. (Введены дополнительно, Изм. № 3).